

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-294388

(P2002-294388A)

(43) 公開日 平成14年10月9日 (2002.10.9)

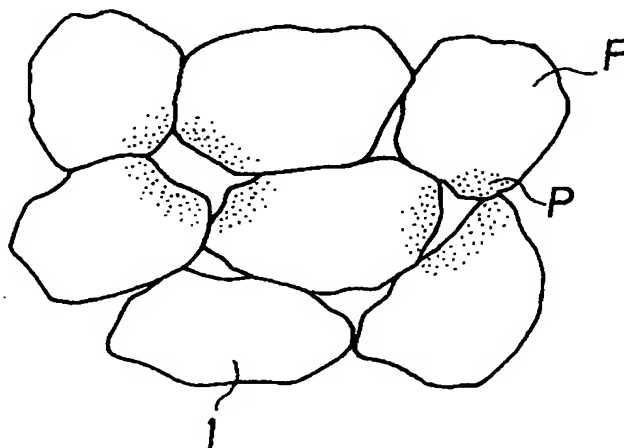
(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 2 2 C 33/02		C 2 2 C 33/02	A 4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/02		B 2 2 F 3/02	M
	3/10	3/10	N
			B
			E
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 24 頁) 最終頁に続く			
(21) 出願番号	特願2001-263612(P2001-263612)	(71) 出願人	000001258 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号
(22) 出願日	平成13年8月31日(2001.8.31)	(71) 出願人	000167406 株式会社ユニシアジェックス 神奈川県厚木市恩名1370番地
(31) 優先権主張番号	特願2000-263928(P2000-263928)	(72) 発明者	中村 尚道 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内
(32) 優先日	平成12年8月31日(2000.8.31)	(74) 代理人	100099531 弁理士 小林 英一
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願2001-15655(P2001-15655)		
(32) 優先日	平成13年1月24日(2001.1.24)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 鉄基粉末成形用素材、その製造方法および高強度高密度鉄基焼結体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 圧縮成形荷重が格段に低く、また高い変形能を有する鉄基粉末成形用素材および鋭い形状の空孔が少なく、高強度高密度を有する鉄基焼結体の製造方法を提供する。

【解決手段】 C:0.05%以下、O:0.3%以下、N:0.010%以下を含む鉄基金属粉に、0.03~0.5%の黒鉛粉と、潤滑剤とを混合し、予備圧縮成形して7.3Mg/m³以上の密度を有する予備成形体とし、窒素分圧が30kPa以下の非酸化性雰囲気中で1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施す。これにより、C:0.10~0.50%、O:0.3%以下を含み、N含有量が0.010%以下、遊離黒鉛が0.02%以下、密度が7.3 Mg/m³以上の、圧縮成形時の荷重が低く、高変形能を有する鉄基粉末成形用素材となる。さらに、圧縮成形と、再焼結および／または熱処理を施し、焼結部材とする。なお、予備焼結後に焼鈍を行ってもよい。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 鉄基金属粉と黒鉛粉と、あるいはさらに潤滑剤とを混合して得られる鉄基混合粉に、予備成形・予備焼結を施して得られる鉄基粉末成形用素材であって、mass%で、C：0.10～0.50%、O：0.3 %以下、N：0.010 %以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有し、かつ遊離黒鉛が0.02%以下であり、密度が7.3Mg/m³以上を有することを特徴とする鉄基粉末成形用素材。

【請求項 2】 前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn：1.2 %以下、Mo：2.3 %以下、Cr：3.0 %以下、Ni：5.0 %以下、Cu：2.0 %以下、V：1.4 %以下から選ばれた1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項 1 に記載の鉄基粉末成形用素材。

【請求項 3】 mass%で、C：0.05%以下、O：0.3 %以下、N：0.010 %以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5 %の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100 重量部に対し0.1 ～0.6 重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に窒素分圧が30kPa 以下の非酸化性雰囲気中で1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施すことを特徴とする鉄基粉末成形用素材の製造方法。

【請求項 4】 mass%で、C：0.05%以下、O：0.3 %以下、N：0.010 %以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5 %の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100 重量部に対し0.1 ～0.6 重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施したのち、焼鈍することを特徴とする鉄基粉末成形用素材の製造方法。

【請求項 5】 前記鉄基金属粉が、前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn：1.2 %以下、Mo：2.3 %以下、Cr：3.0 %以下、Ni：5.0 %以下、Cu：2.0 %以下、V：1.4 %以下から選ばれた1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項 3 または 4 に記載の鉄基粉末成形用素材の製造方法。

【請求項 6】 前記鉄基金属粉が、さらに、mass%で、Mn：1.2 %以下、Mo：2.3 %以下、Cr：3.0 %以下、Ni：5.0 %以下、Cu：2.0 %以下、V：1.4 %以下から選ばれた1種または2種以上を表面に部分拡散付着させた部分合金化鋼粉であることを特徴とする請求項 3 または 4 に記載の鉄基粉末成形用素材の製造方法。

【請求項 7】 mass%で、C：0.05%以下、O：0.3 %以下、N：0.010 %以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉

と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5 %の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100 重量部に対し0.1 ～0.6 重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に窒素分圧が30kPa 以下の非酸化性雰囲気中で1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施し、成形用素材とし、ついで該成形素材に再圧縮成形を施し成形体としたのち、該成形体に再焼結および／または熱処理を施すことを特徴とする高強度高密度鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 8】 mass%で、C：0.05%以下、O：0.3 %以下、N：0.010 %以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5 %の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100 重量部に対し0.1 ～0.6 重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施したのち、焼鈍を行い、成形用素材とし、ついで該成形素材に再圧縮成形を施し成形体としたのち、該成形体に再焼結および／または熱処理を施すことを特徴とする高強度高密度鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 9】 前記鉄基金属粉が、前記組成に加えてさらにmass%で、Mn：1.2 %以下、Mo：2.3 %以下、Cr：3.0 %以下、Ni：5.0 %以下、Cu：2.0 %以下、V：1.4 %以下から選ばれた1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の高強度高密度鉄基焼結体の製造方法。

【請求項 10】 前記鉄基金属粉が、mass%で、Mn：1.2 %以下、Mo：2.3 %以下、Cr：3.0 %以下、Ni：5.0 %以下、Cu：2.0 %以下、V：1.4 %以下から選ばれた1種または2種以上を表面に部分拡散付着させた部分合金化鋼粉であることを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の高強度高密度鉄基焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、機械部品に用いて好適な鉄基焼結部材に係り、とくに高強度高密度鉄基焼結部材を製造するための、鉄基粉末成形用素材の成形性改善に関する。

【0002】

【従来の技術】 粉末冶金技術は、複雑な形状の部品をニアネット形状でしかも高寸法精度に製造することができ、切削コストを大幅に低減できることから、粉末冶金製品が自動車部品等に多量に採用されている。しかも、最近では、部品の小型化、軽量化のために、粉末冶金製品の高強度化が要望されている。とくに、鉄基粉末製品（鉄基焼結部材）に対する高強度化の要求が強い。

【0003】 鉄基焼結部材（鉄基焼結体あるいは単に焼

結体ともいう)を得る基本の製造工程は、①鉄基金属粉に、黒鉛粉、銅粉等の合金用粉末と、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム等の潤滑剤とを混合し鉄基混合粉とする、②鉄基混合粉を金型に充填し圧縮成形して成形体とする、③成形体を焼結し焼結体とする、という①～③の工程を順次行うものである。得られた焼結体は、必要に応じサイジングや切削加工が施され製品とされる。また、焼結体に、高強度が必要なときには、浸炭熱処理や光輝熱処理を施される場合もある。このようにして得られた成形体の密度は、ただだか $6.6 \sim 7.1 \text{Mg/m}^3$ 程度であり、したがって、これらの成形体から得られる焼結体の密度もこの程度となる。

【0004】鉄基粉末製品(鉄基焼結部材)の高強度化には、成形体の高密度化による焼結部材(焼結体)の高密度化が有効である。高密度の焼結部材(焼結体)ほど、部材中の空孔が減少し、引張強さ、衝撃値、疲労強度などの機械的性質が向上する。成形体の密度を高密度化する成形方法として、例えば、特開平2-156002号公報、特公平7-103404号公報、米国特許第5,256,185号公報、米国特許第5,368,630号公報に、金属粉末を加熱しつつ成形する温間成形技術が開示されている。これら温間成形技術を適用することにより、Fe-4Ni-0.5Mo-1.5Cu系の部分合金化鋼粉に0.5mass%の黒鉛粉と0.6mass%の潤滑剤を配合した鉄基粉末混合粉を 150°C の温度で68MPaの圧力で成形した場合に、 7.30Mg/m^3 程度の密度を有する成形体を得られる。しかしながら、温間成形技術を適用するためには、粉末を所定の温度に加熱する加熱設備が必要となり、製造コストが増加するうえ、部品の寸法精度が低下するという問題もあった。

【0005】また、特開平1-123005号公報には、粉末冶金法と冷間鍛造法を組合せ、ほぼ真密度に近い製品が得られる、焼結冷間鍛造方法が開示されている。焼結冷間鍛造方法とは、金属粉を焼結成形したプリフォーム(予備成形品)を冷間で鍛造したのち、再焼結して高密度組成の最終製品を得る成形、加工方法である。特開平1-123005号公報に記載された技術は、表面に液状潤滑剤を塗布した冷間鍛造用焼結プリフォームをダイス内で仮圧縮成形したのち、該プリフォームに負圧を作用させて液状潤滑剤を吸引除去し、その後ダイス内で本圧縮成形し、再焼結する焼結冷間鍛造方法である。この方法によれば、仮圧縮成形前に塗布し内部に浸透した液状潤滑剤を本圧縮成形前に吸引するため、内部の微小空隙が本圧縮成形時に圧潰消滅して高密度の最終製品が得られるとしている。しかし、この方法で得られる最終焼結製品の密度は、ただだか 7.5Mg/m^3 程度であるためその強度には限界があった。

【0006】一方、製品(焼結体)の強度をさらに高めるためには、製品の炭素(C)濃度を増加させることが効果的である。粉末冶金法では、炭素(C)源として、黒鉛粉を原料金属粉に混合することが一般的であるが、

黒鉛粉を混合した金属粉を予備成形後仮焼結(予備焼結)して成形用素材とし、さらに再圧縮成形したのち、再焼結して高強度の焼結体を得る方法が考えられる。しかし、従来の方法で仮焼結(予備焼結)を行うと、仮焼結(予備焼結)時に炭素(C)が成形用素材全体に拡散し、成形素材の硬度が増加する。このため、再圧縮成形を行うに際し、成形荷重が非常に大きくなり、しかも変形能が低下しているため所望の形状に加工できないという問題があった。したがって、高強度、高密度の製品が得られないのである。

【0007】このような問題に対しては、例えば、米国特許第4,393,563号には、高温での成形を行うことなく、軸受部品を製造する方法が開示されている。この方法は、鉄粉と、鉄合金粉と、黒鉛粉と潤滑剤とを混合し、この混合粉を予備成形品に成形したのち、仮焼結し、ついで少なくとも50%の塑性加工を与える冷間鍛造を行い、その後焼結、焼鈍し、ロール加工して最終製品(焼結部材)とする工程からなっている。米国特許第4,393,563号公報に記載された技術では、黒鉛の拡散を抑制した条件で仮焼結を行うことにより、その後の冷間鍛造で高い変形能を発現させ、成形荷重を低くすることができるとしている。しかし、米国特許第4,393,563号公報には、仮焼結条件として、 $1100^\circ\text{C} \times 15 \sim 20 \text{min}$ が推奨されており、本発明者らの実験によれば、この条件では、黒鉛が予備成形品に完全に拡散してしまい、焼結部材用素材(予備成形品)の硬さが著しく増加し、その後の冷間鍛造が困難であるということがわかった。

【0008】このような問題に対し、例えば、特開平11-117002号公報には、鉄を主成分とする金属粉に0.3重量%以上の黒鉛を混合してなる金属質粉を圧粉成形して得られた、密度が 7.3g/cm^3 以上の予備成形体を好ましくは $700 \sim 1000^\circ\text{C}$ の温度範囲で仮焼結してなり、金属粉の粒界に黒鉛が残留している状態の組織を有する金属質粉成形素材が提案されている。この技術によれば、強度増加に必要な炭素量のみを固溶し、遊離黒鉛を残存させ、鉄粉が過度に硬化するのを防止することにより、再圧縮成形時に、低い成形荷重と高い変形能を有する成形用素材が得られるとしている。しかしながら、この方法で得られた金属質粉成形素材は、再圧縮成形工程において高い変形能を有しているが、その後の本焼結時に、残存した遊離黒鉛が消失して、細長い空孔を生ずることがあるという問題が残されていた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記した従来技術の問題を解決し、鉄基混合粉を成形体とするに際し、圧縮成形荷重が従来にくらべ格段に低く、また従来にくらべ格段に高い変形能を有し、高密度の成形体の製造を可能とする鉄基粉末成形用素材およびその製造方法を提供することを第1の目的とする。また、本発明は、鋭い形状の空孔が少なく、高強度高密度を有する鉄基焼

10

20

30

40

50

結体の製造方法を提供することも目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した課題を達成するために、予備圧縮成形および予備焼結条件について、鋭意検討した。その結果、細長い空孔の発生を抑制するためには、鉄基混合粉を高密度に圧縮し、さらに、添加した黒鉛を基底に拡散させるのに十分な温度で予備焼結することにより成形用素材の遊離黒鉛を実質的に零とすることが有効であることを見いだした。また、上記した温度で予備焼結を行っても成形用素材の硬さを顕著に低減するためには、鉄基混合粉中（すなわち鉄基金属粉中）のN含有量を低減することが有効であり、そのためには予備焼結に続いて焼鈍を行うか、または窒化を抑制する雰囲気中で予備焼結を行うことが有効であることを見いだした。これにより、再圧縮成形時の低荷重が実現でき、高密度の成形体が得られ、その結果、高密度、高強度の焼結体が製造可能となることを知見した。

【0011】本発明は、上記した知見に基づいて、さらに検討を加え完成されたものである。すなわち、第1の本発明は、鉄基金属粉と黒鉛粉と、あるいはさらに潤滑剤とを混合して得られる鉄基混合粉に、予備成形・予備焼結を施して得られる鉄基粉末成形用素材であって、mass%で、C：0.10～0.50%、O：0.3%以下、N：0.010%以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有し、かつ遊離黒鉛が0.02%以下であり、密度が7.3 Mg/m³以上を有することを特徴とする鉄基粉末成形用素材であり、また、第1の本発明では、前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、Cu：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有することが好ましい。

【0012】また、第2の本発明は、mass%で、C：0.05%以下、O：0.3%以下、N：0.010%以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5%の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対し0.1～0.6重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3 Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に窒素分圧が30kPa以下の非酸化性雰囲気中で1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施すことを特徴とする鉄基粉末成形用素材の製造方法であり、また、第2の本発明では、前記鉄基金属粉が、前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、Cu：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有することが好ましく、あるいは前記鉄基金属粉が、前記組成に加えて、さらに、mass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、C

u：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を表面に部分拡散付着させた部分合金化鋼粉であることが好ましい。なお、第2の本発明では前記鉄基金属粉は、前記組成に加えて、さらにmass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、Cu：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有する予合金化鋼粉であることも好ましい。

【0013】また、第3の本発明では、mass%で、C：0.05%以下、O：0.3%以下、N：0.010%以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5%の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対し0.1～0.6重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3 Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施したのち、焼鈍することを特徴とする鉄基粉末成形用素材の製造方法である。なお、この場合、予備焼結の雰囲気は、特に限定されないが、窒素分圧が95kPa以下の非酸化性雰囲気中で行うことが好ましい。また、焼鈍は400～800℃の温度範囲で行うことが好ましく、また、窒素分圧が95kPa以下の非酸化性雰囲気中で行うことが好ましい。また、第3の本発明では、前記鉄基金属粉が、前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、Cu：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有してもよく、あるいは前記鉄基金属粉を、前記組成に加えて、さらに、mass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、Cu：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を表面に部分拡散付着させた部分合金化鋼粉としてもよい。なお、第3の本発明では前記鉄基金属粉を、前記組成に加えて、さらにmass%で、Mn：1.2%以下、Mo：2.3%以下、Cr：3.0%以下、Ni：5.0%以下、Cu：2.0%以下、V：1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有する予合金化鋼粉としてもよい。

【0014】また、第4の本発明は、mass%で、C：0.05%以下、O：0.3%以下、N：0.010%以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03～0.5%の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対し0.1～0.6重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3 Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に窒素分圧が30kPa以下の非酸化性雰囲気中で1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施し、成形用素材とし、ついで該成形素材に再圧縮成形を施し成形体としたのち、該成形体に再焼結および／または熱処理を施

すことを特徴とする高強度高密度鉄基焼結体の製造方法であり、また、第4の本発明では、前記鉄基金属粉が、前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有することが好ましく、あるいは、前記鉄基金属粉が、前記組成に加えて、さらに、mass%で、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を表面に部分拡散付着させた部分合金化鋼粉であることが好ましい。なお、第4の本発明では前記鉄基金属粉は、前記組成に加えて、さらにmass%で、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有する予合金化鋼粉であることも好ましい。

【0015】また、第5の本発明は、mass%で、C:0.05%以下、O:0.3%以下、N:0.010%以下を含み、残部Feおよび不可避免的不純物からなる組成を有する鉄基金属粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03~0.5%の黒鉛粉と、あるいはさらに鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対し0.1~0.6重量部の潤滑剤と、を混合してなる鉄基混合粉を、予備圧縮成形して7.3Mg/m³以上の密度を有する予備成形体としたのち、該予備成形体に1000℃超1300℃以下の温度で予備焼結を施したのち、焼鈍を行って、成形用素材とし、ついで該成形素材に再圧縮成形を施し成形体としたのち、該成形体に再焼結および/または熱処理を施すことを特徴とする高強度高密度鉄基焼結体の製造方法である。なお、この場合、予備焼結の雰囲気は、特に限定されないが、窒素分圧が95kPa以下の非酸化性雰囲気中で行うことが好ましい。また、焼鈍は400~800℃の温度範囲で行うことが好ましく、また、窒素分圧が95kPa以下の非酸化性雰囲気中で行うことが好ましい。また、第5の本発明では、前記鉄基金属粉を、前記組成に加えてさらに、mass%で、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有してもよく、あるいは、前記鉄基金属粉を、前記組成に加えて、さらに、mass%で、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を表面に部分拡散付着させた部分合金化鋼粉としてもよい。なお、第5の本発明では前記鉄基金属粉は、前記組成に加えて、さらにmass%で、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有する予合金化鋼粉としてもよい。

【0016】

【発明の実施の形態】第1の本発明は、鉄基金属粉と黒

鉛粉と、あるいはさらに潤滑剤とを混合して得られる鉄基混合粉に、予備成形・予備焼結を施して得られる鉄基粉末成形用素材である。本発明の鉄基粉末成形用素材は、mass%で、C:0.10~0.50%、O:0.3%以下、N:0.010%以下を含み、あるいはさらに、Mn:1.2%以下、Mo:2.3%以下、Cr:3.0%以下、Ni:5.0%以下、Cu:2.0%以下、V:1.4%以下から選ばれた1種または2種以上を含有し、残部Feおよび不可避免的不純物からなる組成を有する。

10 【0017】まず、本発明の鉄基粉末成形用素材の組成限定理由について説明する。

C:0.10~0.50mass%

Cは、浸炭焼入れ、光輝焼入れ時の焼入れ性を考慮し、焼結部材の必要強度に応じて0.10~0.50mass%の範囲内で調整する。C含有量が0.10mass%未満では、所望の焼入れ性を確保することができない。一方、0.50mass%を超える含有は成形素材の硬さが高くなりすぎて、その結果再圧縮成形時の成形荷重も高くなりすぎて好ましくない。

20 【0018】O:0.3mass%以下

Oは、鉄基金属粉に不可避免的に含有される元素であるが、O含有量が増加するにしたがい、成形用素材の硬さを増加させ、再圧縮成形時の成形荷重が増加するため、できるだけ低減するのが好ましい。0.3mass%を超えて含有すると、再圧縮成形時の荷重増加が顕著となるため、0.3mass%をO含有量の上限とした。なお、工業的に安定して製造できる鉄基金属粉のO含有量の下限は、0.02mass%であるため、鉄基粉末成形用素材のO含有量の下限は0.02mass%とするのが好ましい。

30 【0019】N:0.010mass%以下

Nは、Cと同様に成形用素材の硬さを高める元素であり、黒鉛を鉄基金属粉中に固溶し遊離黒鉛を実質的に零とする本発明では、成形用素材の硬さをできるだけ低く維持し、成形荷重を低減するために、N含有量をできるだけ低減するのが望ましい。Nを0.010mass%を超えて含有すると、再圧縮成形時の成形荷重が顕著に高くなるため、本発明ではNは0.010mass%以下に限定した。なお、好ましくは0.0050mass%以下である。

40 【0020】Mn:1.2mass%以下、Mo:2.3mass%以下、Cr:3.0mass%以下、Ni:5.0mass%以下、Cu:2.0mass%以下、V:1.4mass%以下から選ばれた1種または2種以上

Mn、Mo、Cr、Ni、Cu、Vは、いずれも焼入れ性を向上させる元素であり、焼結体の強度確保の目的で、必要に応じ1種または2種以上を選択して含有できる。Mn:1.2mass%、Mo:2.3mass%、Cr:3.0mass%、Ni:5.0mass%、Cu:2.0mass%、V:1.4mass%をそれぞれ超えて含有すると、成形用素材の硬さが増加し、再圧縮成形時の成形荷重が高くなりすぎ好ましくない。なお、Mn、Mo、Cr、Cu、Vの好ましい含有量は、Mn:1.0mass%以

下、Mo: 2.0 mass%以下、Cr: 3.0 mass%以下、Ni: 5.0 mass%以下、Cu: 2.0 mass%以下、V: 1.0 mass%以下である。なお、Mn、Mo、Cr、Cu、Vの各含有量の下限は特に定める必要はないが、不純物としての含有量と区別するために、一般的に不可避免の不純物として含有が予想されるMn: 0.04mass%、Mo: 0.05mass%、Cr: 0.01mass%、Ni: 0.01mass%、Cu: 0.01mass%、V: 0.005mass%程度を下限としてもよい。

【0021】残部Feおよび不可避免の不純物

上記した成分以外の残部はFeおよび不可避免の不純物である。不可避免の不純物としては、Mn: 0.04mass%以下、Mo: 0.05mass%以下、Cr: 0.01mass%以下、Ni: 0.01mass%以下、Cu: 0.01mass%以下、V: 0.005mass%以下を含んでもよい。また、その他の不可避免の不純物としては、P: 0.1 mass%以下、S: 0.1 mass%以下、Si: 0.2 mass%以下、が許容できるが、できるだけ低減することが好ましい。なお、工業的生産性の観点からは、不可避免の不純物としてのP、S、Siの下限値を、P: 0.001mass%、S: 0.001mass%、Si: 0.01mass%程度に定めてもよい。

【0022】なお、上記した元素以外の元素を含有する場合には、成形用素材の組成で、Feが85%以上となるようにすることが、再圧縮工程の成形荷重を低く維持し、かつ再焼結体の強度を所定値以上に確保するうえで好ましい。

遊離黒鉛: 0.02%以下

本発明の鉄基粉末成形用素材は、鉄基金属粉と黒鉛粉と、あるいはさらに潤滑剤とを混合して得られる鉄基混合粉に、予備成形・予備焼結を施して得られたものであり、黒鉛が鉄基金属質の基地組織に拡散して遊離黒鉛（基地組織に拡散していない黒鉛）が実質的に存在しない組織を有している。本発明の鉄基粉末成形用素材では、予備焼結条件を調整することにより、遊離黒鉛は0.02mass%以下と、実質的に零とする。黒鉛粉は、予備成形・予備焼結処理により、ほとんどが鉄基金属粉中に拡散し、基地組織中に固溶、または炭化物として析出し、遊離黒鉛としてはほとんど残存しない。遊離黒鉛量が0.02mass%を超えると、再圧縮成形時に成形用素材の流れに沿った黒鉛伸展層の形成が顕著となり再焼結時に黒鉛が鉄基金属質基地組織中に拡散消失し、細長い空孔が残存することがある。細長い空孔は、焼結体の欠陥として働き、強度を低下させることがある。このため、遊離黒鉛は0.02mass%以下に限定した。

【0023】本発明の鉄基粉末成形用素材の組織の一例を模式的に図2に示す。成形用素材の組織は、フェライト相（F）を主体とし、黒鉛が拡散した領域にパーライト相（P）が混在する。予備焼結条件を本発明の範囲内に調整することにより、成形用素材の硬さを再圧縮成形に支障の無い程度に調整することができる。本発明の鉄基粉末成形用素材は、7.3 Mg/m³以上の密度を有する。

密度を7.3Mg/m³以上とすることにより、鉄基金属粉粒子間の接触面積が増加し、予備焼結により、接触面を介した物質拡散が広範囲にわたって生じるため伸びが大きく変形能の高い素材となる。なお、より好ましくは7.35 Mg/m³以上である。成形用素材の密度は高いほど好ましいが、金型寿命等のコスト的制約から7.8Mg/m³が上限である。なお、実用的範囲としては7.35~7.55Mg/m³である。

【0024】ついで、鉄基粉末成形用素材の製造方法について説明する。図1に、鉄基粉末成形用素材の製造工程の1例を示す。原料粉として、鉄基金属粉と、黒鉛粉、あるいはさらに合金用粉を用いる。使用する鉄基金属粉は、mass%で、C: 0.05%以下、O: 0.3%以下、N: 0.010%以下を含み、残部Feおよび不可避免の不純物からなる組成を有する鉄基金属粉が好適である。C: 0.05mass%、O: 0.3 mass%、N: 0.010 mass%をそれぞれ超える含有は、粉の圧縮性を低下させ、成形用素材の密度を7.3 Mg/m³以上とすることを困難にする。なお、鉄基金属粉の好ましいC、O、N量は、mass%で、C: 0.05%以下、O: 0.3%以下、N: 0.0050%以下である。O含有量はできるだけ低いことが圧縮成形性の観点からは好ましいが、Oは不可避免的に含有させる元素であり、経済的に高価とならず工業的に実施可能なレベルである0.02mass%を下限とするのが望ましい。なお、工業的な経済性の観点から好ましいO含有量は0.03~0.2 mass%である。

【0025】また、本発明で使用する鉄基金属粉の粒径は、とくに限定する必要はないが、工業的に低コストで製造できる、平均粒径で30~120 μmとするのが望ましい。なお、平均粒径は重量積算粒度分布の中心（d₅₀）の値とする。また、本発明では、上記した組成に加えてさらに、Mn: 1.2mass%以下、Mo: 2.3 mass%以下、Cr: 3.0 mass%以下、Ni: 5.0 mass%以下、Cu: 2.0 mass%以下、V: 1.4 mass%以下から選ばれた1種または2種以上を含有できる。なお、Mn、Mo、Cr、Cu、Vの好ましい含有量は、Mn: 1.0 mass%以下、Mo: 2.0 mass%以下、Cr: 3.0 mass%以下、Ni: 5.0 mass%以下、Cu: 2.0 mass%以下、V: 1.0 mass%以下である。Mn、Mo、Cr、Ni、Cu、Vは、いずれも焼結体の強度を増加し、あるいは焼入れ性を増加するために、必要に応じ選択して含有できる。これら合金元素は、鉄基金属粉に予合金化しても、また鉄基金属粉に部分拡散付着して部分合金化してもよく、あるいは金属粉（合金用粉）として混合してもよい。しかし、いずれの場合においても、Mn: 1.2mass%、Mo: 2.3 mass%、Cr: 3.0mass%、Ni: 5.0 mass%、Cu: 2.0 mass%、V: 1.4 mass%を、それぞれ超えると、成形用素材の硬さが高くなり再圧縮成形時の成形荷重が増大する。

【0026】なお、予合金とは、鉄基金属粉中に合金成分として含有するものである。部分合金化とは、鉄基金

属粉とMn、Mo、Cr、Cu、Vなどの粉末との接触点において、Mn、Mo、Cr、Cu、Vなどの一部が鉄基金属粉に拡散して拡散部を形成し、残部が粉末の形で鉄基金属粉表面に粉末の形で付着しているものである。原料粉として使用する黒鉛粉は、焼結体の所定の強度を確保するため、あるいは熱処理時の焼入れ性の増加を目的として、鉄基混合粉に、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03~0.5mass %含有される。黒鉛粉の含有量が、0.03mass %未満では、焼結体の強度向上効果が不足し、一方、0.5mass %を超えると、再圧縮成形時の圧縮荷重が過大となる。このため、鉄基混合粉における黒鉛粉の含有量は鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量に対し0.03~0.5mass %とした。

【0027】また、鉄基金属粉表面への黒鉛粉の付着度を向上させるために、鉄基混合粉へワックス、スピンドル油等を添加してもよい。また、例えば、特開平1-165701号公報、特開平5-148505号公報に記載された偏析防止処理を適用し、鉄基金属粉表面への黒鉛粉付着度を向上させることもできる。また、鉄基混合粉には、上記した原料粉に加えて、さらに圧縮成形における成形密度の向上と金型からの抜き力を低減する目的で、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、エチレンビスステアロアミド、ポリエチレン、ポリプロピレン、熱可塑性樹脂粉末、ポリアミド、ステアリン酸アミド、オレイン酸、ステアリン酸カルシウム等の潤滑剤を含有できる。潤滑剤の含有量は、鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対し0.1~0.6重量部とするのが好ましい。

【0028】なお、鉄基混合粉の混合には、通常公知な混合方法、例えばヘンシェルミキサー、コーン型ミキサー等を用いた混合方法が適用可能である。上記した比率で混合された鉄基混合粉に、ついで予備圧縮成形を施し、 $7.3\text{Mg}/\text{m}^3$ 以上の密度を有する予備成形体とする。予備成形体の密度が $7.3\text{Mg}/\text{m}^3$ 以上となると、鉄基金属粉同士の接触面積が大きくなり、次工程である予備焼結において、接触面を介し体積拡散、表面拡散、あるいは溶融が広範囲にわたって生じるため、再圧縮成形時に大きな伸びが得られ、高い変形能が実現される。

【0029】予備圧縮成形では、従来公知の圧縮成形技術がいずれも適用できる。例えば、金型潤滑法、分割金型による多段成形法、CNCプレス法、静水圧プレス法、温間成形法、特開平11-117002号公報に記載された成形方法あるいはこれらを組み合わせた成形方法がいずれも好適である。また、ロールフォーミング法等を単独あるいは組み合わせて用いてもよい。なお、上記した圧縮成形法のなかでは、温間成形法以外の冷間での圧縮成形法が精度・コストの観点から好適である。

【0030】なお、特開平11-117002号公報に記載された成形方法は、成形空間を有する成形ダイスと、この成形ダイスに挿入されて混合粉を加圧する上パンチと下パンチを備え、成形空間が、上パンチの挿入される大径部

と、下パンチの挿入される小径部と、これらを繋ぐテーパー部とを備え、上パンチおよび下パンチの一方または両方が、成形ダイスの成形空間に臨む端面の外周端部に、成形空間の容積を増大させる切欠きを備えてなる装置を使用するため、成形後のスプリングバックや成形体の抜き力が抑制され高密度の成形体を容易に製造することができる。

【0031】ついで、予備成形体は、予備焼結され、成形用素材となる。予備焼結は、窒素分圧が30kPa以下の非酸化性雰囲気中で1000℃超1300℃以下の温度で行うのが好ましい。予備焼結温度が1000℃以下では、遊離黒鉛の残存量が多く、後工程の本焼結時に細長い空孔となるため、厳しい応力下で使用される部材において、欠陥として作用し、強度低下の原因となる可能性もある。一方、予備焼結温度が1300℃を超えても、成形性の向上効果は飽和し、これに対し製造コストが格段に増加するため、経済的に不利となる。このため、予備焼結温度は1000℃超1300℃以下に限定するのが好ましい。

【0032】本発明では、予備焼結は、真空中、Arガス中、あるいは水素ガス等の非酸化性でかつ窒素分圧が30kPa以下である雰囲気中で行うのが好ましい。窒素分圧が低いほど、成形用素材のN含有量低減には有利となる。好ましい雰囲気としては、例えば、水素濃度が70vol %以上の水素-窒素混合ガスがある。一方、窒素分圧が30kPaを超えると、成形用素材中のN含有量を0.010mass %以下とすることが困難となる。なお、予備焼結の処理時間は目的、条件により適宜設定できるが、通常は600~7200sの範囲とすることが好ましい。

【0033】また、本発明では、予備成形体に予備焼結を施した後に、予備焼結温度より低い温度で焼鈍を行い、成形用素材としてもよい。これにより、成形用素材の圧縮性（冷間鍛造性）が顕著に改善される。この理由については、現在までに必ずしも明確にはなっていないが、本発明者らは次のように考えている。本発明者らの研究によれば、予備成形体に予備焼結を施し予備焼結体としたのち、焼鈍処理を施すと、成形用素材となる予備焼結体のN含有量が低減することが観測されている。これは、焼鈍処理中に予備焼結体内で α 相への変態が進行し、Nの鉄合金基地への溶解度が低下するため、予備焼結体中のN含有量が低減すると推察される。この焼鈍による脱窒作用が、成形用素材の圧縮性改善の一因であると考えられる。

【0034】なお、焼鈍以外の脱窒処理を行ってもよいが、経済性、成形用素材の圧縮性に悪影響がないこと等を配慮すると、焼鈍が最も好ましい。焼鈍を施して成形用素材中のN含有量を低減し圧縮性を改善する場合、焼鈍に先立つ予備焼結の雰囲気はとくに限定する必要はない。しかし、成形用素材のN含有量を0.010mass %以下に維持するためには、予備焼結雰囲気の窒素分圧を95kPa以下とすることが好ましい。また、酸化による硬化を

10

20

30

40

50

防止するためには非酸化性雰囲気とすることが好ましい。

【0035】また、成形用素材のN含有量を0.010mass%以下に維持するためには、予備焼結後の焼鈍は、400～800℃の範囲の温度で行うのが好ましい。焼鈍温度が400℃未満あるいは800℃超では、N量低減効果が小さくなる。また、焼鈍時の雰囲気は、予備焼結時の雰囲気と同様に、非酸化性とするのがより好ましい。さらに、脱窒効率の向上のためには、焼鈍雰囲気中の窒素分圧を95kPa以下とすることが好ましい。なお、焼鈍時の雰囲気中の窒素分圧と、予備焼結時の雰囲気中の窒素分圧とは必ずしも同一とする必要はない。

【0036】また、焼鈍時間は、600～7200sの範囲とするのが好ましい。焼鈍時間が、600s未満では、窒素低減効果が少なく、また、7200sを超えると、効果が飽和するうえ、生産性が低下する。なお、より好ましくは、1200～3600sである。また、予備焼結とその後に続く焼鈍は、予備焼結を行った焼結炉から素材を取り出すことなく、連続して行っても何ら問題はない。予備焼結し、400～800℃に冷却して、そのまま焼鈍してもよい。また、予備焼結後、400℃未満まで冷却したのち、400～800℃で焼鈍してもよい。また、焼鈍は、一定の温度に均一に保持する必要はなく、例えば、400～800℃間を徐冷してもよい。徐冷する場合、上記した温度域を、通常の冷却速度で通過する時間(約2400s)に比べ、600～7200s、好ましくは3600～7200s余分に掛かるように冷却速度を低下させてもよい。

【0037】ついで、成形用素材は、再圧縮成形を施され、成形体とされる。本発明の再圧縮成形では、通常公知の圧縮成形技術がいずれも適用できる。本発明の成形用素材は、高い変形能を有するため、コスト面、寸法精度面で有利な冷間鍛造法を適用するのがより好ましい。また、冷間鍛造法に代えてロールフォーミング法等の他の圧縮成形方法を適用してもよい。

【0038】ついで、成形体は、再焼結処理を施され、焼結体とされる。再焼結処理は、製品の酸化防止のため、不活性雰囲気あるいは還元性雰囲気、または真空中とするのが好ましい。また、再焼結温度は、1050～1300℃の範囲の温度とするのが好ましい。再焼結温度が、1050℃未満では、粒子間の焼結の進行や成形体に含まれるCの拡散が不十分で所望の製品強度を確保できない。また、1300℃を超えると、結晶粒が粗大化し、製品強度が低下する。

【0039】焼結体は、ついで必要に応じ熱処理を施される。熱処理は、目的に応じ、浸炭処理、焼入れ処理、焼戻し処理等を選択できる。熱処理条件は、とくに限定する必要はなく、ガス浸炭焼入れ、真空浸炭焼入れ、光輝焼入れ、高周波焼入れなどがいずれも好適である。例えば、ガス浸炭焼入れでは、カーボンポテンシャルが0.6～1%程度の雰囲気、800～900℃程度の温度で加

熱したのち、油中に焼入れするのが好ましい。また、光輝焼入れでは、焼結体の表面の高温酸化、脱炭防止のため、Arガス等の不活性雰囲気、水素を含む窒素雰囲気等の保護雰囲気中で、800～950℃程度の温度に加熱したのち、油中に焼入れするのが好ましい。また、真空浸炭焼入れ、高周波焼入れでも、上記した温度範囲に加熱したのち、焼入れするのが好ましい。これらの熱処理により製品の強度を向上することができる。

【0040】また、焼入れ処理後に、必要に応じ焼戻し処理を施してもよい。焼戻し温度は、130～250℃の通常公知の焼戻し温度範囲とするのが好ましい。なお、熱処理の前あるいは後に、寸法、形状の調整のために、機械加工を施してもよい。また、本発明では、成形体を再焼結することなく、熱処理を行い、製品としても、強度、密度等特性上何ら問題はない。

【0041】

【実施例】(実施例1)表1に示す鉄基金属粉に、表1に示す種類と含有量の、黒鉛粉と潤滑剤とをV型混合機で混合し、鉄基混合粉とした。鉄基金属質粉は、C:0.007mass%、Mn:0.12mass%、O:0.15mass%、N:0.0020mass%を含有する純鉄粉A(川崎製鉄製KIP301A)、および部分合金化鋼粉Bを用いた。部分合金化鋼粉Bは、純鉄粉Aに酸化モリブデン粉末を0.9mass%混合し、水素雰囲気中の875℃×3600sで保持して、表面にMoを部分的に表面に拡散付着させた部分合金化鋼粉である。なお、部分合金化鋼粉Bの組成はC:0.007mass%—Mn:0.14mass%—O:0.11mass%—N:0.0023mass%—Mo:0.58mass%であった。また、黒鉛粉は天然黒鉛とし、潤滑剤はステアリン酸亜鉛を用いた。なお、表1中の鉄基混合粉中の潤滑剤の含有量は、鉄基金属質粉と黒鉛粉の合計量100重量部に対する重量部で表示してある。

【0042】これら鉄基混合粉を金型に装入し、油圧式圧縮成形機により予備圧縮成形し、30mmφ×15mm高さのタブレット状予備成形体とした。予備成形体の密度は7.4Mg/m³とした。なお、一部の試料(試料No.1-13、No.1-23)については成形圧力を調整することにより7.1Mg/m³とした。得られた予備成形体に、表1に示す条件で予備焼結を施し、成形用素材とした。なお、一部の試料(試料No.1-15～No.1-23)では、予備焼結と連続して焼鈍を行った。

【0043】得られた成形用素材の組成、表面硬さHRB、遊離黒鉛量を調査した。これらの結果を表1に併記する。なお、成形用素材から試験片を採取し全C量、N量、O量、遊離黒鉛量を測定した。全C量は、燃焼—赤外線吸収法で、N量は、不活性ガス融解—熱伝導度法でO量は不活性ガス融解—赤外線吸収法で測定した。また、成形用素材から採取した試験片を硝酸で溶解したのちの残渣を、燃焼—赤外線吸収法でC量を測定し遊離黒鉛量とした。また、固溶C量は、{(全C量)—(遊離

黒鉛量) 1 で計算した値とした。

【0044】 ついで、得られた成形用素材を、後方押し法により、断面減少率：60%の冷間鍛造（再圧縮成形）を施してカップ状の成形体とし、この再圧縮成形時の成形荷重を測定した。また、得られた成形体の密度をアルキメデス法で測定した。さらに、得られた成形体の縦断面（カップ壁断面）の組織を光学顕微鏡で観察し、断面長手方向の平均空孔長さを測定した。なお、断面長手方向とは鍛造時の素材の流れ方向である。それらの結果を表1に併記した。

【0045】 また、得られた成形体に、再焼結を施し焼

結体を得た。再焼結の条件は、窒素80vol % - 水素20vol % のガス雰囲気中で1140℃×1800s 保持する条件とした。これら焼結体の密度をアルキメデス法で測定した。ついで、これら焼結体に、カーボンポテンシャル1.0 % の浸炭雰囲気中で、870℃×3600s 保持する条件で浸炭したのち、90℃の油中に焼入れし、ついで、150℃で焼戻しする熱処理を施した。熱処理後、焼結体の硬さHRC、およびアルキメデス法による密度を測定した。それらの結果を表1に示す。

10 【0046】

【表1】

〔表1-1〕

試 験 No	鉄基混合粉				平均 成形体 密度 g/cm ³	予備焼結条件				焼結条件				
	炭粉 種類	黒鉛粉 種類	含有率 mass %	潤滑剤 種類		雰囲気	温度 ℃	時間 s	雰囲気	温度 ℃	時間 s	雰囲気	温度 ℃	
1-1	A	天然	0.3	ステアリン酸	7.40	真空	<10 ⁻¹	700	1800	-	-	-	-	
1-2	A	黒鉛	0.3	酸亜鉛	7.40	真空	<10 ⁻¹	800	1800	-	-	-	-	
1-3	A		0.3		7.40	真空	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-4	A		0.3		7.40	水素	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-5	A		0.3		7.40	水素	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-6	A		0.3		7.40	水素	<10 ⁻¹	1150	1800	-	-	-	-	
1-7	A		0.3		7.40	水素	<10 ⁻¹	1300	1800	-	-	-	-	
1-8	A		0.3		7.40	水素 酸素:90 % 窒素:10 %	10	1050	1800	-	-	-	-	
1-9	A		0.3		7.40	水素 酸素:70 % 窒素:30 %	30	1150	1800	-	-	-	-	
1-10	A		0.3		7.40	水素	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-11	A		0.3		7.40	水素 酸素:10 % 窒素:90 %	90	1150	1800	-	-	-	-	
1-12	A		0.6		7.40	水素	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-13	A		0.3		7.10	水素	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-14	B		0.3		7.40	水素	<10 ⁻¹	1050	1800	-	-	-	-	
1-15	A		0.3		7.40	水素 酸素:50 % 窒素:50 %	50	1150	1800	水素:50 % 窒素:50 %	50	380	1800	
1-16	A		0.3		7.40	水素 酸素:70 % 窒素:30 %	70	1150	1800	水素:70 % 窒素:30 %	70	420	1800	
1-17	A		0.3		7.40	水素 酸素:90 % 窒素:10 %	90	1150	1800	水素:90 % 窒素:10 %	90	760	1800	
1-18	A		0.3		7.40	水素 酸素:30 % 窒素:70 %	70	1150	1800	水素:30 % 窒素:70 %	70	840	1800	
1-19	A		0.3		7.40	水素 酸素:100 %	101	1150	1800	水素:100 %	101	760	1800	
1-20	B		0.3		7.40	水素 酸素:75 % 窒素:25 %	25	1050	1800	水素:75 % 窒素:25 %	25	640	1800	
1-21	B		0.3		7.40	水素 酸素:80 % 窒素:20 %	80	1050	1800	水素:80 % 窒素:20 %	80	550	1800	
1-22	A		0.3		7.40	水素 酸素:90 % 窒素:10 %	70	900	1800	水素:90 % 窒素:10 %	70	420	1800	
1-23	A		0.3		7.10	水素 酸素:90 % 窒素:10 %	70	1150	1800	水素:90 % 窒素:10 %	70	420	1800	

*) 炭粉：全炭粉と黒鉛粉との合計炭100重量部に対する
A粉：C:0.60, O:0.00, H:0.00, N:0.00, S:0.00, mass %
B粉：C:0.60, O:0.00, H:0.00, N:0.00, S:0.00, mass %
*) 潤滑剤：油分合金化潤滑剤C:0.007, mass % - Mn:0.14, mass % - Ni:0.0023, mass % - Mo:0.58, mass %

【0047】

【表2】

【表1-2】

試料 No	成形用素材										再圧縮加工 冷間鍛造 成形荷重 tonf (kN)	成形体		焼結体 密度 Mg/m ³	熱処理後焼結体		備 考
	組 成					密度 Mg/m ³	硬さ HRB	密度 Mg/m ³	平均 空孔 長さ μm	密度 Mg/m ³		硬さ HRC					
	O	N	全C	固溶 C	遊離 黒鉛												
1-1	0.13	0.0022	0.29	0.12	0.17	7.40	28	80(785)	7.69	50	7.69	7.69	31	比較例			
1-2	0.10	0.0020	0.27	0.14	0.13	7.40	29	81(794)	7.74	35	7.74	7.74	30	比較例			
1-3	0.08	0.0020	0.26	0.24	0.02	7.40	30	87(853)	7.81	<10	7.81	7.81	32	本発明例			
1-4	0.08	0.0006	0.25	0.23	0.02	7.40	30	86(843)	7.81	<10	7.81	7.81	34	本発明例			
1-5	0.07	0.0008	0.23	0.22	0.01	7.40	31	86(843)	7.82	<10	7.82	7.82	35	本発明例			
1-6	0.10	0.0009	0.21	0.20	0.01	7.40	28	87(853)	7.84	<10	7.84	7.84	39	本発明例			
1-7	0.08	0.0021	0.24	0.23	0.01	7.40	30	89(873)	7.81	<10	7.81	7.82	36	本発明例			
1-8	0.06	0.0048	0.28	0.22	0.01	7.40	31	91(892)	7.80	<10	7.80	7.80	34	本発明例			
1-9	0.08	0.0018	0.24	0.22	0.02	7.40	30	87(853)	7.81	<10	7.81	7.81	33	本発明例			
1-10	0.08	0.0180	0.24	0.23	0.01	7.40	47	101(990)	7.81	<10	7.81	7.82	34	比較例			
1-11	0.06	0.0175	0.22	0.21	0.01	7.40	45	98(961)	7.82	<10	7.82	7.82	33	比較例			
1-12	0.07	0.0006	0.53	0.52	0.01	7.40	48	100(981)	7.81	<10	7.81	7.81	39	比較例			
1-13	0.08	0.0007	0.25	0.24	0.01	7.10	28	85(833)	7.78	53	7.78	7.78	32	比較例			
1-14	0.07	0.0007	0.24	0.23	0.01	7.40	42	90(883)	7.81	<10	7.81	7.81	59	本発明例			
1-15	0.08	0.0120	0.24	0.23	0.01	7.40	43	97(951)	7.80	<10	7.80	7.80	33	比較例			
1-16	0.08	0.0044	0.24	0.23	0.01	7.40	32	90(883)	7.81	<10	7.81	7.81	34	本発明例			
1-17	0.07	0.0093	0.23	0.22	0.01	7.40	34	91(892)	7.81	<10	7.81	7.81	33	本発明例			
1-18	0.08	0.0110	0.24	0.23	0.01	7.40	39	97(951)	7.80	<10	7.80	7.80	33	比較例			
1-19	0.08	0.0170	0.24	0.23	0.01	7.40	41	98(961)	7.81	<10	7.81	7.81	34	比較例			
1-20	0.07	0.0020	0.24	0.23	0.01	7.40	41	89(872)	7.81	<10	7.81	7.81	59	本発明例			
1-21	0.07	0.0085	0.24	0.23	0.01	7.40	43	90(883)	7.81	<10	7.81	7.80	60	本発明例			
1-22	0.10	0.0042	0.27	0.15	0.12	7.40	30	87(853)	7.76	32	7.76	7.76	30	比較例			
1-23	0.07	0.0047	0.24	0.23	0.01	7.10	29	83(813)	7.77	54	7.77	7.77	31	比較例			

【0048】本発明例の成形用素材は、いずれも7.3Mg/m³以上の高密度を有し、冷間鍛造で厳しい圧縮成形を施しても亀裂の発生はなく、高変形能を有し、しかも再圧縮成形時の成形荷重も低く、成形性に優れていることがわかる。また、本発明例の成形体は、いずれも7.8Mg/m³以上の高密度を有し、細長い空孔の数が少なく、空孔の平均長さは10μm未満であった。また、本発明例の焼結体および熱処理後の焼結体は、いずれも密度の低下は見られない。熱処理後の焼結体はHRC32以上の高い硬さを

示した。とくに、Moを含有する本発明例（試験No.1-14、No.1-20、No.1-21）は、熱処理後の硬さがHRC59以上とさらに高い硬さを示した。なお、予備焼結後に本発明の好ましい範囲内の温度で焼鈍を行った成形用素材（試料No.1-16、No.1-17、No.1-20、No.1-21）は、予備焼結時の雰囲気中の窒素分圧が30kPa以上95kPa以下であっても、窒素含有量が0.010 mass%以下となっている。

【0049】一方、予備焼結温度が本発明の範囲を低く外れる成形用素材（試料No.1-1、試料No.1-2、No.1-22

：比較例)では、遊離黒鉛量が0.17mass% (試料No.1-1)、0.13mass% (試料No.1-2)、0.12mass% (試料No.1-22)と高く、さらに成形体の密度が7.80Mg/m³未満と低いうえ、鍛造方向に長く伸びた空孔が多数観察され、平均空孔長さも50μm (試料No.1-1)、35μm (試料No.1-2)、32μm (試料No.1-22)であった。また、N含有量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材 (試料No.1-10、No.1-11：比較例)は、それぞれ成形荷重が101tonf (990kN)、98tonf (961kN)と高かった。また、C含有量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材 (試料No.1-12：比較例)もまた、成形荷重が100 tonf (981kN)と高かった。また、成形用素材の密度が7.3Mg/m³未満と低い場合 (試料No.1-13、No.1-23：比較例)には、成形体の密度が低めであり、平均空孔長さも53μm (試料No.1-13)、54μm (試料No.1-23)と長くなっている。

【0050】また、予備焼結後の焼鈍温度が本発明の好ましい範囲 (400～800℃)を外れる場合 (試料No.1-15、No.1-18)には、窒素含有量が0.010 mass%を超え、成形荷重が大きくなるが、焼鈍処理前のN含有量を測定したところ、それぞれ0.0160mass%、0.0150mass%であり、焼鈍処理によるN含有量低減効果は認められた。また、予備焼結時の雰囲気中の窒素分圧が95kPaを超える場合 (試料No.1-19)には、予備焼結—焼鈍処理を施した後のN含有量は0.010 mass%を超え、成形荷重が大きくなっているが、焼鈍処理前のN含有量を測定したところ、0.0220mass%であり、焼鈍処理によるN含有量低減効果は発揮されている。

(実施例2)表2に示す鉄基金属粉に、表2に示す種類と含有量の、黒鉛粉と潤滑剤とをコーン型混合機で混合し、鉄基混合粉とした。

【0051】鉄基金属粉は、実施例1と同じ純鉄粉AにNiとMoを部分合金化した部分合金化鋼粉Cを用いた。部分合金化鋼粉Cの組成はC：0.003 mass%—Mn：0.08mass%—O：0.09mass%—N：0.0020mass%—Ni：2.03mass%—Mo：1.05mass%であった。また、黒鉛粉は天然黒鉛とし、潤滑剤はステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムまたはエチレンビスステアロアミドを用いた。なお、表2中の鉄基混合粉中の潤滑剤の含有量は、鉄基金

属粉と黒鉛粉の合計量100重量部に対する重量部で表示してある。

【0052】これら鉄基混合粉を金型に装入し、油圧式圧縮成形機により予備圧縮成形し、30mmφ×15mm高さのタブレット状予備成形体とした。予備成形体の密度は7.4 Mg/m³とした。なお、一部の試料 (試料No.2-12)については成形圧力を調整することにより7.1 Mg/m³とした。得られた予備成形体に、表2に示す条件で予備焼結を施し、成形用素材とした。なお、一部の試料 (試料No.2-15～No.2-21)では、予備焼結を施したのち、表2に示す条件で焼鈍を行った。

【0053】得られた成形用素材の組成、表面硬さHRB、遊離黒鉛量を調査した。これらの結果を表2に併記する。なお、全C量、N量、O量、遊離黒鉛量は、実施例1と同様に、成形用素材から採取した試験片を用いて測定した。また、固溶C量は、実施例1と同様に、全C量と遊離黒鉛量の測定値から算出した。

【0054】ついで、得られた成形用素材を、後方押し法により、断面減少率：80%の冷間鍛造 (再圧縮成形)を施してカップ状の成形体とした。なお、この再圧縮成形時の成形荷重を測定した。また、得られた成形体の密度をアルキメデス法で測定した。さらに、成形体の縦断面 (カップ壁断面)の組織を光学顕微鏡で観察し、断面長手方向の平均空孔長さを測定した。なお、断面長手方向とは鍛造時の素材流れ方向である。それらの結果を表2に併記した。

【0055】また、得られた成形体に、再焼結を施し焼結体を得た。再焼結の条件は、実施例1と同様に、窒素80vol%—水素20vol%のガス雰囲気中で1140℃×1800s保持する条件とした。これら焼結体の密度をアルキメデス法で測定した。ついで、これら焼結体に、実施例1と同様に、カーボンポテンシャル1.0%の浸炭雰囲気中で、870℃×3600s保持する条件で浸炭したのち、90℃の油中に焼入れし、ついで、150℃で焼戻しする熱処理を施した。熱処理後、焼結体の硬さHRC、およびアルキメデス法による密度を測定した。それらの結果を表2に示す。

【0056】

【表3】

【表2-1】

試料 No	鉄基混合粉				予備 成形体	予備焼結条件				焼鈍条件				
	鉄基金 属粉	黒鉛粉		潤滑剤*		雰囲気		温度 ℃	時間 s	雰囲気		温度 ℃	時間 s	
		種類	含有量 mass%	種類		含有量 重量部	種類: vol %			窒素分圧 kPa	種類: vol %			窒素分圧 kPa
2-1	C	天然 黒鉛	0.3	スチレン 酸亜鉛	真空	<10 ⁻⁴	700	1800	-	-	-	-		
2-2			0.3		真空	<10 ⁻⁴	900	1800	-	-	-			
2-3			0.3		真空	<10 ⁻⁴	1050	1800	-	-	-			
2-4			0.3		水素ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-			
2-5			0.3		水素ガス	<10 ⁻³	1150	1800	-	-	-			
2-6			0.3		水素ガス	<10 ⁻³	1300	1800	-	-	-			
2-7			0.3		水素ガス:85 % 窒素ガス:15 %	15	1050	1800	-	-	-			
2-8			0.3		7H ₂ ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-			
2-9			0.3		窒素ガス	101	1050	1800	-	-	-			
2-10			0.3		水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1150	1800	-	-	-			
2-11			0.6		水素ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-			
2-12			0.3		水素ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-			
2-13			0.3		スチレン 酸リチウム	水素ガス:85 % 窒素ガス:15 %	15	1050	1800	-	-	-		
2-14			0.3		スチレン 酸リチウム	水素ガス:85 % 窒素ガス:15 %	15	1050	1800	-	-	-		

*)鉄基金属粉と黒鉛粉との含有量100重量部に相当する

*) 鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対する

**) C粉: 部分合金化銅粉: C:0.003 mass%-Mn:0.08mass%-Ni:0.0020mass%-Mo:1.05mass%

【表2-2】

鉄基混合粉				予備 成形体	予備焼結条件				焼鈍条件						
試料 No	鉄基 属粉	黒鉛粉			潤滑剤*		雰囲気	温度 ℃	時間 s	雰囲気		温度 ℃	時間 s		
		種類	含有量 mass%		種類	含有量 重量部				種類: vol %	空素分圧 kPa				
2-15	C	天然 黒鉛	0.3	スズ 酸亜鉛	0.3	7.40	0.3	7.40	1150	90	水素ガス:10 % 空素ガス:90 %	90	1800	600	1800
2-16			0.3		0.3										
2-17			0.3												
2-18		0.3	スズ 酸亜鉛	0.3	7.40	0.3	7.40	1150	90	水素ガス:10 % 空素ガス:90 %	90	1800	600	1800	
2-19		0.3		スズ 酸亜鉛											0.3
2-20	C	天然 黒鉛	0.3	スズ 酸亜鉛	0.3	7.40	0.3	7.40	1150	90	水素ガス:10 % 空素ガス:90 %	90	1800	600	1800
2-21			0.6												

*)鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対する

*) 鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対する

**) C粉: 部分合金化銅粉: C:0.003 mass%-Mn:0.08mass%-Ni:0.0020mass%-N:0.09mass%-O:0.03mass%-Mo:1.05mass%

【表2-3】

試料 No	成形用素材							再圧縮加工 冷間鍛造 成形荷重 tonf (kN)	成形体		焼結体	熱処理後焼結体		備 考
	組 成 (mass%)					密度 Mg/m ³	硬さ HRB		密度 Mg/m ³	平均 空孔長 μm	密度 Mg/m ³	密度 Mg/m ³	硬さ HRC	
	O	N	全C	固溶 C	遊離 黒鉛									
2-1	0.12	0.0023	0.29	0.01	<u>0.28</u>	7.40	40	140(1372)	7.64	52	7.64	7.64	59	比較例
2-2	0.10	0.0021	0.29	0.09	<u>0.20</u>	7.40	41	145(1442)	7.72	38	7.73	7.73	60	比較例
2-3	0.08	0.0019	0.23	0.22	0.01	7.40	43	155(1520)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
2-4	0.08	0.0006	0.24	0.23	0.01	7.40	42	164(1608)	7.81	<10	7.81	7.81	60	本発明例
2-5	0.06	0.0007	0.23	0.22	0.01	7.40	41	165(1618)	7.82	<10	7.82	7.82	62	本発明例
2-6	0.04	0.0009	0.21	0.20	0.01	7.40	41	166(1628)	7.83	<10	7.83	7.83	60	本発明例
2-7	0.09	0.0043	0.24	0.23	0.01	7.40	46	172(1687)	7.82	<10	7.82	7.82	61	本発明例
2-8	0.08	0.0018	0.24	0.23	0.01	7.40	43	163(1598)	7.81	<10	7.82	7.82	61	本発明例
2-9	0.08	<u>0.0240</u>	0.24	0.23	0.01	7.40	61	所定形状まで鍛造不能						比較例
2-10	0.07	<u>0.0220</u>	0.22	0.21	0.01	7.40	60	所定形状まで鍛造不能						比較例
2-11	0.08	0.0006	<u>0.54</u>	0.53	0.01	7.40	62	所定形状まで鍛造不能						比較例
2-12	0.08	0.0007	0.25	0.24	0.01	<u>7.10</u>	41	162(1589)	7.78	48	7.78	7.78	60	比較例
2-13	0.09	0.0042	0.24	0.23	0.01	7.40	46	172(1687)	7.82	<10	7.82	7.82	61	本発明例
2-14	0.09	0.0042	0.24	0.23	0.01	7.40	47	172(1687)	7.81	<10	7.81	7.81	61	本発明例
2-15	0.07	0.0092	0.24	0.23	0.01	7.40	50	174(1705)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
2-16	0.08	0.0083	0.24	0.23	0.01	7.40	49	171(1676)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
2-17	0.07	0.0076	0.25	0.24	0.01	7.41	49	173(1695)	7.81	<10	7.80	7.80	60	本発明例
2-18	0.07	0.0094	0.24	0.23	0.01	7.40	50	174(1705)	7.81	<10	7.81	7.81	60	本発明例
2-19	0.08	0.0093	0.25	0.23	0.01	7.40	49	173(1695)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
2-20	0.07	0.0098	0.24	0.23	0.01	7.40	50	174(1705)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
2-21	0.07	0.0092	<u>0.53</u>	0.52	0.01	7.40	63	所定形状まで鍛造不能						比較例

【0059】本発明例の成形用素材は、いずれも7.3Mg/m³以上の高密度を有し、冷間鍛造で厳しい圧縮成形を施しても亀裂の発生はなく、高変形能を有し、しかも再圧縮成形時の成形荷重も低く、成形性に優れ、冷間鍛造が可能であることがわかる。また、本発明例の成形体は、いずれも7.80Mg/m³以上の高密度を有し、細長い空孔の数が少なく、空孔の平均長さは10μm未満であった。また、本発明例の焼結体および熱処理済の焼結体は、いずれも密度の低下は見られず、また、熱処理後の焼結体は60HRC以上の高い硬さを示した。

【0060】一方、予備焼結温度が本発明の範囲を低く外れる成形用素材（試料No.2-1、試料No.2-2：比較例）では、遊離黒鉛量が0.28mass%（試料No.2-1）、0.20mass%（試料No.2-2）と高く冷間鍛造時に亀裂が発生し、さらに成形体の密度が7.80Mg/m³未満と低いうえ、鍛造方向に長く伸びた空孔が多数観察され、平均空孔長さも52μm（試料No.2-1）、38μm（試料No.2-2）であった。また、N含有量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材（試料No.2-9、No.2-10：比較例）、C含有量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材（試料No.2-11、No.2-21：比較例）は、成形用素材の硬さが高く、変形抵抗が高すぎて所定の形状まで鍛造できなかった。

【0061】また、成形用素材の密度が7.3Mg/m³未満と低い場合（試料No.2-12：比較例）には、成形体の密度が低めであり、平均空孔長さも48μmと長くなっている。また、焼鈍以外の条件が同一である試料No.2-15（焼鈍あり）と試料No.2-10（焼鈍なし）との比較により、予備焼結後の焼鈍による、窒素低減効果が顕著であることがわかる。なお、焼鈍雰囲気中の窒素分圧が98kPaと高い場合（試料No.2-20）には、窒素分圧が90kPaである場合（試料No.2-15）にくらべ、焼鈍処理による窒素低減効果は幾分低下することがわかる。

（実施例3）表3に示す鉄基金属粉に、表3に示す種類と含有量の、黒鉛粉と潤滑剤とをコーン型混合機で混合し、鉄基混合粉とした。

【0062】鉄基金属粉は、水アトマイズ法で製造した予合金化鋼粉D（川崎製鉄製KIP5MOS）を用いた。予合金化鋼粉Dの組成はC：0.004 mass%－Mn：0.20mass%－O：0.11mass%－N：0.0021mass%－Mo：0.60mass%－残部Feである。また、黒鉛粉は天然黒鉛とし、潤滑剤はステアリン酸亜鉛を用いた。なお、表3中の鉄基混合粉中の潤滑剤の含有量は、鉄基金属粉と黒鉛粉の合計量100重量部に対する重量部で表示してある。

【0063】これら鉄基混合粉を金型に装入し、油圧式

圧縮成形機により予備圧縮成形し、30mm ϕ ×15mm高さのタブレット状予備成形体とした。予備成形体の密度は7.4 Mg/m³とした。なお、一部の試料（試料No.3-12）については成形圧力を調整することにより7.1 Mg/m³とした。得られた予備成形体に、表3に示す条件で予備焼結を施し、成形用素材とした。なお、一部の試料（試料No.3-12、No.3-14、試料No.3-17～No.3-20）では予備焼鈍と連続して焼鈍を行った。このうち、試料No.3-18は、一定温度に保持する焼鈍に代えて、800℃～400℃までの温度域を徐冷する焼鈍処理とした。徐冷条件は、800℃～400℃までの温度域の滞留時間を、この温度域の標準の冷却時間（約2400s）より長い、3600sとした。また、試料No.3-21では、窒素分圧99kPaの雰囲気中で予備焼結を行った後、一旦室温まで冷却し、ついで焼鈍を施した。

【0064】得られた成形用素材の組成、表面硬さHRB、遊離黒鉛量を調査した。これらの結果を表3に併記する。なお、全C量、N量、O量、遊離黒鉛量は、実施例1と同様に、成形用素材から採取した試験片を用いて実施例1と同様に測定した。また、固溶C量は、実施例1と同様に、全C量と遊離黒鉛量の測定値から算出した。

【0065】ついで、得られた成形用素材を、実施例2と同様に、後方押出し法により、断面減少率：80%の冷間鍛造（再圧縮成形）を施してカップ状の成形体とした。この再圧縮成形時の成形荷重を測定した。また、得られた成形体の密度をアルキメデス法で測定した。さらに、実施例2と同様に、成形体の縦断面（カップ壁断面）の組織を光学顕微鏡で観察し、断面長手方向の平均空孔長さを測定した。なお、断面長手方向とは鍛造時の素材流れ方向である。それらの結果を表3に併記した。

10 【0066】また、得られた成形体に、再焼結を施し焼結体を得た。再焼結の条件は、実施例1と同様に、窒素80vol%－水素20vol%のガス雰囲気中で1140℃×1800s保持する条件とした。これら焼結体の密度をアルキメデス法で測定した。ついで、これら焼結体に、実施例1と同様に、カーボンポテンシャル1.0%の浸炭雰囲気中で、870℃×3600s保持する条件で浸炭したのち、90℃の油中に焼入れし、ついで、150℃で焼戻しする熱処理を施した。熱処理後、焼結体の硬さHRC、およびアルキメデス法による密度を測定した。それらの結果を表3に示す。

【0067】

【表6】

【表3-1】

試料 No	鉄基混合粉				予備 成形体	予備焼結条件				焼鈍条件			
	鉄基金 属粉	黒鉛粉		潤滑剤 *		雰囲気		温度 ℃	時間 s	雰囲気		温度 ℃	時間 s
		種類	含有量 mass %			種類	含有量 重量部			種類: vol %	窒素分圧 kPa		
3-1	D	天然 黒鉛	0.2	スズ 酸亜鉛	7.40	真空	<10 ⁻⁴	700	1800	-	-	-	
3-2			0.2		7.40	真空	<10 ⁻⁴	900	1800	-	-	-	
3-3			0.2		7.40	真空	<10 ⁻⁴	1050	1800	-	-	-	
3-4			0.2		7.40	水素ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-	
3-5			0.2		7.40	水素ガス	<10 ⁻³	1150	1800	-	-	-	
3-6			0.2		7.40	水素ガス	<10 ⁻³	1300	1800	-	-	-	
3-7			0.2		7.40	水素ガス:90 % 窒素ガス:10 %	10	1050	1800	-	-	-	
3-8			0.2		7.40	7N ₂ ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-	
3-9			0.2		7.40	窒素ガス	101	1050	1800	-	-	-	
3-10			0.2		7.40	水素ガス:50 % 窒素ガス:50 %	50	1150	1800	-	-	-	
3-11			0.6		7.40	水素ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-	
3-12			0.2		7.10	水素ガス	<10 ⁻³	1050	1800	-	-	-	
3-13			0.2		7.40	水素ガス:75 % 窒素ガス:25 %	25	1050	1800	水素ガス:75 % 窒素ガス:25 %	25	650	1800
3-14			0.2		7.40	水素ガス:50 % 窒素ガス:50 %	50	1050	1800	水素ガス:50 % 窒素ガス:50 %	50	600	1800

*) 鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対する

**) D粉: 予合金化銅粉: C: 0.004 mass%-Mn: 0.20mass%-0.11mass%-N: 0.0021mass%-Mo: 0.60mass%

【表3-2】

試料 No	鉄基混合粉				予備 成形体 密度, kg/cm ³	予備焼結条件				焼鈍条件			
	鉄基金 属粉	黒鉛粉		潤滑剤*		雰囲気		温度 ℃	時間 s	雰囲気		温度 ℃	時間 s
		種類	含有量 mass%			種類	含有量 重量部			種類: vol %	窒素分圧 kPa		
3-15	D	天然 黒鉛	0.2	577% 酸亜鉛	7.40	種類: vol % 窒素分圧: 90 %	90	1050	1800	—	—	—	
3-16			0.2		7.40	種類: vol % 窒素分圧: 99 %	99	1050	1800	—	—	—	
3-17			0.2		7.40	種類: vol % 窒素分圧: 90 %	90	1050	1800	水素分圧: 10 % 窒素分圧: 90 %	90	650	1800
3-18			0.2		7.40	種類: vol % 窒素分圧: 90 %	90	1050	1800	水素分圧: 10 % 窒素分圧: 90 %	90	400 ~ 800	3600
3-19			0.2		7.40	種類: vol % 窒素分圧: 90 %	90	1050	1800	水素分圧: 10 % 窒素分圧: 90 %	90	350	2400
3-20			0.2		7.40	種類: vol % 窒素分圧: 90 %	90	1050	1800	水素分圧: 10 % 窒素分圧: 90 %	90	650	450
3-21			0.2		7.40	種類: vol % 窒素分圧: 99 %	99	1050	1800	水素分圧: 10 % 窒素分圧: 90 %	90	650	1800

*) 鉄基金属粉と黒鉛との合計量100 重量部に対する

**) D粉 : 予合金化銅粉 : C:0.004 mass%-Mn:0.20mass%-O:0.11mass%-N:0.0021mass%-Mo:0.60mass%

【表3-3】

試料 No	成形用素材						再圧縮加工	成形体		焼結体	熱処理後焼結体		熱処理 体／再 焼結後	備 考			
	組 成 (mass%)					密度		硬さ	冷間鍛造 成形荷重		密度	平均 空孔 長さ μm			密度	密度	硬さ
	O	N	全C	固溶 C	遊離 黒鉛												
3-1	0.14	0.0023	0.20	0.01	0.19	7.40	37	135(1324)	7.69	48	7.70	7.70	58	—	比較例		
3-2	0.12	0.0021	0.20	0.06	0.14	7.40	39	140(1373)	7.76	25	7.76	7.76	60	—	比較例		
3-3	0.08	0.0019	0.17	0.16	0.01	7.40	41	150(1471)	7.82	<10	7.82	7.83	60	60	本発明例		
3-4	0.09	0.0006	0.18	0.17	0.01	7.40	40	159(1559)	7.82	<10	7.82	7.82	61	60	本発明例		
3-5	0.07	0.0007	0.17	0.16	0.01	7.40	38	159(1559)	7.83	<10	7.83	7.83	62	61	本発明例		
3-6	0.05	0.0009	0.15	0.14	0.01	7.40	38	161(1579)	7.84	<10	7.84	7.84	60	59	本発明例		
3-7	0.08	0.0040	0.18	0.17	0.01	7.40	45	157(1540)	7.82	<10	7.82	7.82	60	60	本発明例		
3-8	0.07	0.0018	0.18	0.17	0.01	7.40	40	158(1549)	7.82	<10	7.82	7.82	61	60	本発明例		
3-9	0.08	0.0180	0.18	0.17	0.01	7.40	58	所定形状まで鍛造不能							比較例		
3-10	0.06	0.0148	0.17	0.16	0.01	7.40	50	所定形状まで鍛造不能							比較例		
3-11	0.07	0.0006	0.53	0.52	0.01	7.40	58	所定形状まで鍛造不能							比較例		
3-12	0.08	0.0007	0.18	0.17	0.01	7.10	39	157(1540)	7.77	48	7.77	7.77	60	—	比較例		
3-13	0.08	0.0030	0.17	0.16	0.01	7.40	40	158(1549)	7.82	<10	7.82	7.82	60	60	本発明例		
3-14	0.08	0.0068	0.17	0.16	0.01	7.40	43	161(1579)	7.82	<10	7.82	7.82	61	60	本発明例		
3-15	0.07	0.0165	0.17	0.16	0.01	7.40	54	所定形状まで鍛造不能							比較例		
3-16	0.08	0.0175	0.18	0.17	0.01	7.40	54	所定形状まで鍛造不能							比較例		
3-17	0.07	0.0084	0.17	0.16	0.01	7.40	46	164(1607)	7.81	<10	7.81	7.81	60	—	本発明例		
3-18	0.07	0.0090	0.17	0.16	0.01	7.40	47	166(1627)	7.80	<10	7.80	7.80	60	—	本発明例		
3-19	0.07	0.0120	0.17	0.16	0.01	7.40	52	所定形状まで鍛造不能							比較例		
3-20	0.07	0.0096	0.17	0.16	0.01	7.40	48	165(1617)	7.80	<10	7.80	7.80	60	—	本発明例		
3-21	0.07	0.0120	0.17	0.16	0.01	7.40	51	所定形状まで鍛造不能							比較例		

【0070】本発明例の成形用素材は、いずれも7.3Mg/m³以上の高密度を有し、冷間鍛造により厳しい圧縮成形を施しても亀裂の発生はなく、高変形能を有し、しかも再圧縮成形時の成形荷重も低く、成形性に優れ、冷間鍛造が可能であることがわかる。また、本発明例の成形体は、いずれも7.80Mg/m³以上の高密度を有し、細長い空孔の数が少なく、空孔の平均長さは10μm未満であった。また、本発明例の焼結体および熱処理済の焼結体は、いずれも密度の低下は見られず、また、熱処理後の焼結体は60HRC以上の高い硬さを示した。

【0071】一方、予備焼結温度が本発明の範囲を低く外れる成形用素材（試料No.3-1、試料No.3-2：比較例）では、遊離黒鉛量が0.19mass%（試料No.3-1）、0.14mass%（試料No.3-2）と高く冷間鍛造時に亀裂が発生し、さらに成形体の密度が7.80Mg/m³未満と低いうえ、鍛造方向に長く伸びた空孔が多数観察され、平均空孔長さも48μm（試料No.3-1）、25μm（試料No.3-2）であった。また、N含有量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材（試料No.3-9、No.3-10、No.3-15、No.3-16：比較例）、C含有量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材（試料No.3-11：比較例）は、成形用素材の硬さが高く、変形抵抗が高すぎて所定の形状まで鍛造できなかった。

た。

【0072】また、成形用素材の密度が7.3Mg/m³未満と低い場合（試料No.3-12：比較例）には、成形体の密度が低めであり、平均空孔長さも48μmと長くなっている。また、焼鈍以外の条件が同一である試料No.3-17（焼鈍あり）と試料No.3-15（焼鈍なし）とを比較すると、適正な焼鈍処理を施すことにより、成形用素材のN含有量が顕著に低減することがわかる。なお、焼鈍温度が好適範囲より低い場合（試料No.3-19）には、窒素低減効果が低下し、成形用素材のN含有量は0.010mass%を超えて、冷間鍛造ができなかった。なお、試料No.3-19と略同一条件で処理した成形用素材を別途作製し、温間鍛造で成形し成形体として空孔の大きさを調査すると、平均空孔長さで10μm未満であった。

【0073】また、焼鈍処理の時間が、好適範囲を外れて短い場合（試料No.3-20）には、焼鈍時間が好適範囲内の場合（例えば試料No.3-17）にくらべ焼鈍処理の窒素低減効果は幾分低下する。また、窒素分圧99kPaの雰囲気下での予備焼結を施された後、焼鈍処理を施された試料No.3-21は、同一条件の予備焼結を施され焼鈍処理を施されない試料No.3-16に比べ、成形用素材のN含有量は低減しており、焼鈍処理の窒素低減効果が認められ

る。しかし、試料No.3-21では成形用素材のN含有量が0.010mass %を超えており、冷間鍛造ができなかった。なお、試料No.3-21と略同一条件で処理した成形用素材を別途作製し、温間鍛造で成形し成形体として空孔の大きさを調査すると、平均空孔長さが10 μ m未満であった。

【0074】また、本発明例の成形体（試料No.3-3～No.3-8、No.3-13、No.3-14）について、再焼結処理を行わず、ただちに熱処理を行い、熱処理体とした。硬さHRC、密度を測定した。施した熱処理は、カーボンポテンシャル1.0 %の浸炭雰囲気中で、870℃×3600s保持する条件で浸炭したのち、90℃の油中に焼入れし、ついで、150℃で焼戻しする熱処理である。これら熱処理体について、硬さHRCを測定した。その結果を表3に併記した。再焼結を省略しても、高硬度の製品の製造が可能であることがわかる。

（実施例4）表4に示す合金元素量の予合金化鋼粉（鉄基金属粉、平均粒径：60～80 μ m）を水噴霧法で製造した。表4に示す合金元素以外の成分含有量は、C：0.03mass%以下、O：0.08～0.15mass%、N：0.0025mass%以下であることを、実施例1と同様の方法で確認した。

【0075】これら鉄基金属粉（予合金化鋼粉）に、表5に示す種類と含有量の、黒鉛粉と潤滑剤とをV型混合機で混合し、鉄基混合粉とした。なお、黒鉛粉は天然黒鉛とし、潤滑剤はステアリン酸亜鉛を用いた。また、表5中の鉄基混合粉中の潤滑剤の含有量は、鉄基金属粉と黒鉛粉の合計量100重量部に対する重量部で表示してある。

【0076】これら鉄基混合粉を金型に装入し、油圧式圧縮成形機により予備圧縮成形し、30mm ϕ ×15mm高さのタブレット状予備成形体とした。予備成形体の密度は7.4Mg/m³とした。得られた予備成形体に、表5に示す条件で予備焼結を施し、成形用素材とした。なお、一部の試料（試料No.4-15～No.4-22）では、予備焼結と連続して焼鈍を行った。得られた成形用素材の組成、表面硬さHRB、遊離黒鉛量を調査した。これらの結果を表5に併記した。

【0077】なお、全C量、N量、O量、遊離黒鉛量は、実施例1と同様に、成形用素材から採取した試験片を用いて実施例1と同様に測定した。また、固溶C量は、実施例1と同様に、全C量と遊離黒鉛量の測定値から算出した。ついで、得られた成形用素材を、実施例2と同様に、後方押出し法により、断面減少率：80%の冷間鍛造（再圧縮成形）を施してカップ状の成形体とし

た。この再圧縮成形時の成形荷重を測定した。また、得られた成形体の密度をアルキメデス法で測定した。さらに、実施例2と同様に、成形体の縦断面（カップ壁断面）の組織を光学顕微鏡で観察し、断面長手方向の平均空孔長さを測定した。なお、断面長手方向とは鍛造時の素材流れ方向である。それらの結果を表5に併記した。

【0078】また、得られた成形体に、再焼結を施し焼結体を得た。再焼結の条件は、実施例1と同様に、窒素80vol %－水素20vol %のガス雰囲気中で1140℃×1800s保持する条件とした。これら焼結体の密度をアルキメデス法で測定した。ついで、これら焼結体に、実施例1と同様に、カーボンポテンシャル1.0 %の浸炭雰囲気中で、870℃×3600s保持する条件で浸炭したのち、90℃の油中に焼入れし、ついで、150℃で焼戻しする熱処理を施した。熱処理後、焼結体の硬さHRC、およびアルキメデス法による密度を測定した。それらの結果を表5に示す。

【0079】

【表9】

【表4】

鉄基金属粉 No.	合金元素含有量 (mass%)					
	Mo	Mn	Cr	Ni	Cu	V
E-1	0.54	0.38	—	—	—	—
E-2	1.50	0.25	—	—	—	—
E-3	0.29	0.72	1.02	—	—	—
E-4	0.30	0.20	—	1.08	0.30	—
E-5	0.31	0.10	2.84	—	—	0.29
E-6	0.20	0.20	—	—	1.80	—
E-7	—	0.11	0.50	—	—	0.80
E-8	0.20	0.08	—	4.50	—	—
E-9	<u>2.20</u>	0.12	—	—	—	—
E-10	0.25	0.14	<u>3.30</u>	—	—	0.28
E-11	0.32	<u>1.15</u>	0.50	—	—	—
E-12	—	0.09	—	<u>5.31</u>	0.15	—
E-13	—	0.08	—	0.28	<u>2.43</u>	—
E-14	—	0.25	0.25	—	—	<u>1.35</u>

【0080】

【表10】

【表6-1】

【表 6-11】

鉄基混合粉				予備成形体		予備焼結条件				焼鈍条件													
試料 No	鉄基金 属粉	黒鉛粉		潤滑剤 *		種類	含有量 mass%	種類	含有量 重量部	密度 Mg/cm ³	雰囲気		温度 ℃	時間 s									
		種類	含有量 mass%								種類: vol%	窒素分圧 kPa											
4-1	E-1	天然 黒鉛	0.2	鉄基 酸亜鉛	0.2	鉄基 酸亜鉛	0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-2	E-2		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-3	E-3		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-4	E-4		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-5	E-5		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-6	E-6		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-7	E-7		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-8	E-8		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-9	E-9		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-10	E-10		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-11	E-11		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-12	E-12		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-13	E-13		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									
4-14	E-14		0.2				0.2	水素ガス:100%	7.40	1100	3600	-	-	-									

*)鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対する

**)表4参照

【表5-2】

【表 5 - 2】

試料 No	鉄基 属粉	鉄基混合粉	予備 成形体	予備焼結条件	時間 s	焼鈍条件	時間 s	温度 ℃					
種類**	種類	黒鉛粉	潤滑剤 *	種類	含有量 重量部	雰囲気	温度 ℃	時間 s	種類:vol %	窒素分圧 kPa	雰囲気	温度 ℃	時間 s
種類**	種類	含有量 mass %	含有量 重量部	種類	密度 Mg/m ³	種類:vol %	窒素分圧 kPa	種類:vol %	窒素分圧 kPa	種類:vol %	窒素分圧 kPa	種類:vol %	窒素分圧 kPa
種類**	種類	含有量 mass %	含有量 重量部	種類	密度 Mg/m ³	種類:vol %	窒素分圧 kPa	種類:vol %	窒素分圧 kPa	種類:vol %	窒素分圧 kPa	種類:vol %	窒素分圧 kPa
4-15	E - 3		0.2		7.40	水素ガス:75 % 窒素ガス:25 %	25	1100	3600	水素ガス:75 % 窒素ガス:25 %	25	700	1800
4-16	E - 1		0.2		7.40	水素ガス:25 % 窒素ガス:75 %	75	1100	3600	水素ガス:25 % 窒素ガス:75 %	75	700	1800
4-17	E - 2		0.2		7.40	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1100	3600	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	700	1800
4-18	E - 4		0.2		7.40	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1100	3600	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	700	1800
4-19	E - 6		0.2		7.40	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1100	3600	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	700	1800
4-20	E - 6		0.2		7.40	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1100	3600	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	700	1800
4-21	E - 7		0.2		7.40	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1100	3600	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	700	1800
4-22	E - 8		0.2		7.40	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	1100	3600	水素ガス:10 % 窒素ガス:90 %	90	700	1800

*)鉄基金属粉と黒鉛粉との合計量100重量部に対する

**)表4参照

【表5-3】

試 料 No	成形用素材							再圧縮加工	成形体		焼結体 密度 Mg/m ³	熱処理後の焼結体		備 考
	組 成 (mass%)				密度 Mg/m ³	硬さ HRB	密度 Mg/m ³		平均 空孔 長さ μm	密度 Mg/m ³		硬さ HRC		
	O	N	全C	固溶 C									遊離 黒鉛	
4-1	0.08	0.0010	0.17	0.16	0.01	7.40	45	162(1588)	7.82	<10	7.83	7.83	60	本発明例
4-2	0.08	0.0009	0.17	0.16	0.01	7.40	58	172(1687)	7.81	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-3	0.16	0.0010	0.18	0.17	0.01	7.40	56	168(1648)	7.81	<10	7.81	7.81	60	本発明例
4-4	0.10	0.0011	0.16	0.15	0.01	7.40	57	170(1667)	7.80	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-5	0.22	0.0010	0.18	0.17	0.01	7.40	64	178(1746)	7.80	<10	7.80	7.80	62	本発明例
4-6	0.11	0.0012	0.17	0.16	0.01	7.40	57	168(1648)	7.82	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-7	0.18	0.0012	0.18	0.17	0.01	7.40	49	164(1608)	7.81	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-8	0.13	0.0011	0.17	0.16	0.01	7.40	62	177(1736)	7.80	<10	7.80	7.80	61	本発明例
4-9	0.10	0.0025	0.16	0.15	0.01	7.40	75	192(1883)	7.81	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-10	0.25	0.0023	0.18	0.17	0.01	7.40	76	所定の寸法まで鍛造不能	比較例					
4-11	0.15	0.0012	0.17	0.16	0.01	7.40	72	186(1824)	7.81	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-12	0.12	0.0012	0.17	0.16	0.01	7.40	78	所定の寸法まで鍛造不能	比較例					
4-13	0.10	0.0009	0.16	0.15	0.01	7.40	78	所定の寸法まで鍛造不能	比較例					
4-14	0.21	0.0011	0.18	0.17	0.01	7.40	73	187(1834)	7.80	<10	7.81	7.81	61	本発明例
4-15	0.16	0.0050	0.16	0.15	0.01	7.40	58	171(1676)	7.81	<10	7.81	7.81	60	本発明例
4-16	0.07	0.0070	0.17	0.16	0.01	7.40	50	167(1637)	7.81	<10	7.80	7.80	60	本発明例
4-17	0.08	0.0090	0.17	0.16	0.01	7.40	62	175(1715)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
4-18	0.10	0.0095	0.17	0.16	0.01	7.40	62	181(1774)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
4-19	0.21	0.0087	0.18	0.17	0.01	7.40	74	190(1862)	7.81	<10	7.81	7.81	60	本発明例
4-20	0.10	0.0085	0.17	0.16	0.01	7.40	64	179(1754)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
4-21	0.17	0.0095	0.18	0.17	0.01	7.40	55	171(1676)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例
4-22	0.13	0.0090	0.17	0.16	0.01	7.40	69	187(1833)	7.80	<10	7.80	7.80	60	本発明例

【0083】本発明例の成形用素材は、いずれも7.3Mg/m³以上の高密度を有し、冷間鍛造で厳しい圧縮成形を施しても亀裂の発生はなく、高変形能を有し、しかも再圧縮成形時の成形荷重も低く、成形性に優れ、冷間鍛造が可能であることがわかる。また、本発明例の成形体は、いずれも7.80Mg/m³以上の高密度を有し、細長い空孔の数が少なく、空孔の平均長さは10μm未満であった。また、本発明例の焼結体および熱処理後の焼結体は、いずれも密度の低下は見られず、熱処理後の焼結体は60HRC以上の高い硬さを示した。

【0084】一方、合金元素量が本発明の範囲を高く外れる成形用素材（試料No.4-10、No.4-12、No.4-13：比較例）は、成形用素材の硬さが高く、変形抵抗が高

くて所定の形状まで鍛造できない。

【0085】

【発明の効果】本発明によれば、成形性に優れた成形用素材を安価に製造でき、再圧縮成形に際し、低荷重で成形が可能であるうえ高い変形能を示し、真密度に近い成形体を容易に製造することができ、産業上格段の効果を奏する。そして、本発明の成形用素材を用いて得られた高密度の成形体を再焼結、熱処理を施すことにより、高強度、高密度の焼結部材を高い寸法精度で製造することが可能となるという効果もある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の成形用素材、焼結体の製造方法の一例を示す説明図である。

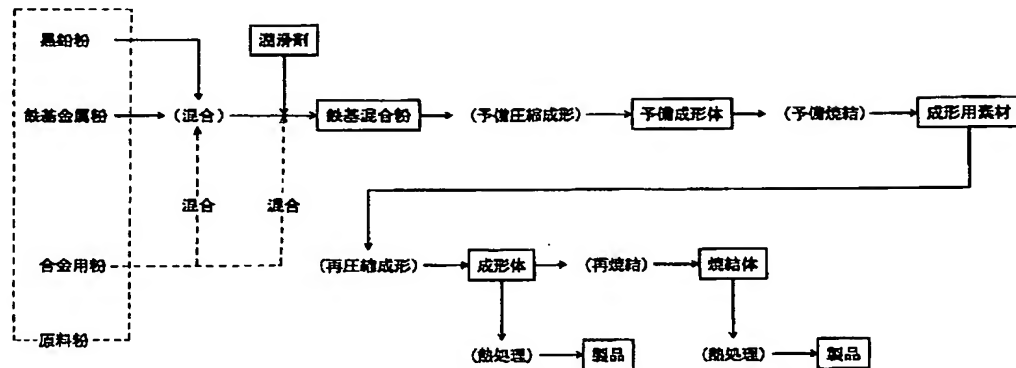
【図2】成形用素材の組織を模式的に示す概略図である。

【符号の説明】

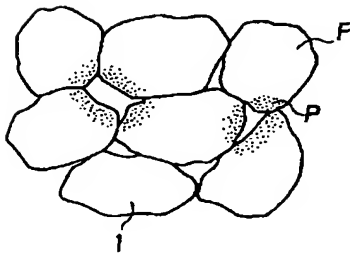
F フェライト相

P パーライト相

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷		識別記号	F I		テーマコード(参考)
B 2 2 F	3/10		B 2 2 F	3/10	
	3/24			3/24	G
C 2 2 C	38/00	3 0 1	C 2 2 C	38/00	3 0 1 A
	38/46			38/46	
(72)発明者	上ノ 蘭 聡		(72)発明者	飯嶋 光正	
	千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内			神奈川県厚木市恩名1370番地 株式会社ユニシアジェックス内	
(72)発明者	宇波 繁		(72)発明者	小泉 晋	
	千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内			神奈川県厚木市恩名1370番地 株式会社ユニシアジェックス内	
(72)発明者	藤長 政志		(72)発明者	安間 裕之	
	千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社千葉製鉄所内			神奈川県厚木市恩名1370番地 株式会社ユニシアジェックス内	
(72)発明者	吉村 隆志		(72)発明者	幡井 康雄	
	神奈川県厚木市恩名1370番地 株式会社ユニシアジェックス内			神奈川県厚木市恩名1370番地 株式会社ユニシアジェックス内	

F ターム(参考) 4K018 AA29 AA30 AA32 CA07 CA08
CA11 DA11 DA31 EA51 FA01
FA02 FA08 KA01

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.